

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 04-138358

(43)Date of publication of application : 12.05.1992

(51)Int.Cl.

G01N 30/80
B01D 15/08

(21)Application number : 02-261574

(71)Applicant : SHIMADZU CORP

(22)Date of filing : 29.09.1990

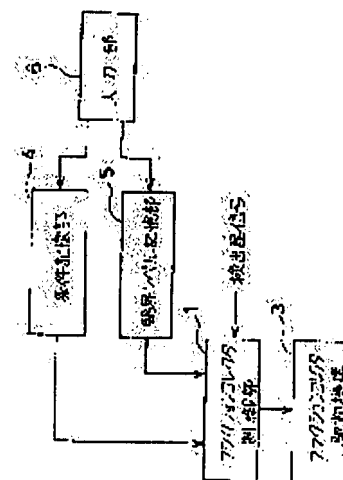
(72)Inventor : KIKUMOTO MAMORU

(54) SAMPLING APPARATUS OF LIQUID CHROMATOGRAPH

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain the title apparatus capable of preventing erroneous operation and inaccurate fractionation by fractionating a range exceeding a critical level as one peak even when a detection signal changes and the separation of a component is insufficient during a period when the detection signal is larger than the critical level.

CONSTITUTION: A critical level is set to a critical level memory part 5 and fractionation is started according to the fractionating condition of a condition memory part 4 on the basis of a detector signal and, when the detector signal becomes larger than the critical signal, so far as said signal lowers to the critical level or less, the detector signal changes and, even when a slope value satisfies a fractionation stop condition, fractionation is not stopped and, when the separation of two or more peaks is insufficient, said peaks are regarded as a series of ones to perform fractionation. By this method, erroneous operation or inaccurate fractionation can be prevented.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平4-138358

⑬ Int.Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成4年(1992)5月12日

G 01 N 30/80
B 01 D 15/08

A 7621-2J
8014-4D

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全5頁)

⑮ 発明の名称 液体クロマトグラフの分取装置

⑯ 特 願 平2-261574

⑰ 出 願 平2(1990)9月29日

⑱ 発 明 者 菊 本 守 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地 株式会社島津製作所三条工場内

⑲ 出 願 人 株式会社島津製作所 京都府京都市中京区西ノ京桑原町1番地

⑳ 代 理 人 弁理士 野口 繁雄

明 細 書

1. 発明の名称

液体クロマトグラフの分取装置

2. 特許請求の範囲

(1) 液体クロマトグラフの溶出液からクロマトグラムピーク成分を分画するための分画条件を記憶する条件記憶部の他に検出値レベルについての臨界レベルを記憶する臨界レベル記憶部を設け、分画動作の開始と停止を行なうフラクションコレクタ駆動機構と、条件記憶部に設定されている分画条件にしたがってフラクションコレクタ駆動機構の動作を制御するとともに、臨界レベル記憶部に臨界レベルが設定されているときは検出値レベルがその臨界レベルより大きい間はフラクションコレクタ駆動機構による分画動作の停止を禁止するフラクションコレクタ制御部とを備えた分取装置。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は液体クロマトグラフの溶出液を分画す

るフラクションコレクタと称される分取装置に関するものである。

(従来の技術)

フラクションコレクタでは分画しようとする目的成分のクロマトグラムピークに対してその検出値レベルやピークのスロープ値などを分画条件として設定しておき、液体クロマトグラフの検出器の検出信号から検出値レベルやスロープ値が設定値になると溶出液の分画動作を開始し、再び設定値になると分画動作を停止する。

分画条件としてピークのスロープ値を設定している場合、例えば分画しようとする目的成分を含む試料が多量に注入されたとき、分画中に検出信号が検出器の検出感度を越えてスケールアウトしてしまうことがある。このとき、スロープ値により分画を行なっていると、検出器からの信号のわずかな動きに反応して目的成分の分画途中であるにもかかわらず、分画を終了してしまうという誤動作を生じることがある。

また、分離が不十分なピークをスロープ値に従って分画すると、分画が不十分になる。

(発明が解決しようとする課題)

分画中に検出信号がスケールアウトしたような場合でも1つのピークの方画中に誤って分画を停止するような誤動作をなくし、また分離が不十分な重なったピークの場合にはあえて別々に分画しないようにすることのできる分画装置を提供することを目的とするものである。

(課題を解決するための手段)

第1図に本発明を示す。

4は液体クロマトグラフの抽出液からクロマトグラム上のピーク成分を分画するための分画条件を記憶する条件記憶部、5は検出値レベルについての臨界レベルを記憶する臨界レベル記憶部、6は分画条件や臨界レベルを設定する入力部、3は分画動作の開始と停止を行なうフラクシオンコレクタ駆動機構、1は条件記憶部4に設定されている分画条件にしたがってフラクシオンコレクタ駆動機構3の動作を制御するとともに、臨界レベル記

憶部5に臨界レベルが設定されているときは検出値レベルがその臨界レベルより大きい間はフラクシオンコレクタ駆動機構3による分画動作の停止を禁止するフラクシオンコレクタ制御部である。

(作用)

臨界レベル記憶部5に臨界レベルが設定されているときは、液体クロマトグラフの検出器信号により条件記憶部4の分画条件に従って分画を開始した後、検出器信号が臨界レベルより大きくなると、仮に検出器信号が変動した場合でも臨界レベル以下に下がらなければスロープ値が分画を停止する条件を満たしたときでも分画を停止しない。

また、分画開始後、検出器信号が臨界レベルより大きい間は、2つ以上のピークが重なり合って分離が不十分となっているときは、それらの重なり合ったピークを一連のものとして一緒に分画する。複数の成分を一緒に分画したときは、それらの成分を分離条件を異ならせた液体クロマトグラフで更に分離し、十分に分離させた状態でそれぞれの成分ごとに分画すればよい。

(実施例)

第2図及び第3図により一実施例を説明する。

第2図は一実施例で用いられるフラクシオンコレクタの外観を示したものである。

14は分画した抽出液を収容するカップ16が複数個配列されたラック、18は液体クロマトグラフのカラムから検出器を通して抽出液が流れるチューブである。チューブ18の先端には分画動作を行なう電磁弁22が設けられており、電磁弁22はY方向に移動できるようにアーム20に取り付けられている。アーム20はガイド24に沿ってX方向に移動することができるように支持されている。アーム20の移動と電磁弁22の移動によりチューブ18の先端が所定の位置のカップ16上に位置決めされ、電磁弁22がオン・オフして設定された条件に従った分離成分が所定のカップ16に分画されていく。

第3図はフラクシオンコレクタとシステムコントローラを示すブロック図である。

システムコントローラ26はCPU28の他に、

ROM30、RAM32、ディスプレイ33、キーボード34、フラクシオンコレクタ2へ分画条件を送るインターフェース36を備えている。

フラクシオンコレクタ2ではCPU38、ROM40、RAM42、液体クロマトグラフの検出器44から検出信号を取り込みデジタル信号に変換するA/D変換器46、フラクシオンコレクタのアーム20を駆動するためのX方向モータ49、その駆動回路48、Y方向モータ51、その駆動回路50、フラクシオンコレクタの電磁弁22、その切換え回路52、システムコントローラ26から分画条件を取り込むインターフェース54を備えている。

第1図における入力部6、条件記憶部4及び臨界レベル記憶部5は第3図ではシステムコントローラ28により実現され、フラクシオンコレクタ制御部1はフラクシオンコレクタ2のCPU38、ROM40、RAM42により実現され、フラクシオンコレクタ駆動機構3はX方向モータ駆動回路48、X方向モータ49、Y方向モータ駆動回

路50、Y方向モータ51、電磁弁切換回路52及び電磁弁22により実現される。

第4図は一実施例の動作を要するしている。

臨界レベルが設定されていないとき、又は臨界レベルが設定されていても現在の入力レベル値が臨界レベル以下であれば、従来のフラクションコレクタの動作と同じになり、スロープ値、レベル値又は更に他の分画条件に従ってピークが判定され、分画が行なわれる。

臨界レベルが設定されており、かつ現在の入力レベル値が臨界レベルより大きくなると、スロープ値やレベル値などの分画条件に従った分画の停止動作を行なわないようにする。現在の入力レベル値がやがて臨界レベル以下まで低下してくると、再びスロープ値やレベル値などの分画条件に従って分画動作が停止させられる。

第5図に分離が不十分なピークを含む液体クロマトグラムの分画動作について説明する。

第5図(A)は臨界レベルを設定しない場合であり、従来のフラクションコレクタの分画動作に

対応したものとなる。この例では4つのピーク $P_1 \sim P_4$ が存在し、それぞれのピークごとに分画が行なわれる。1番目のピーク P_1 と2番目のピーク P_2 は分離が不十分であるが、スロープ値に従ってそれぞれのピーク成分に分画される。したがって、これらのピーク P_1 と P_2 の境界領域では両成分が混じり合って分画が不十分となる。

一方、第5図(B)は、本発明により例えば臨界レベル L を縦線で示されるレベルに設定した場合の分画動作を要するしている。ピーク P_1 と P_2 の間では検出値レベルが臨界レベル L 以下に下がらないので、ピーク P_1 と P_2 は1つのピークとみなされて同じカップに分画される。このピーク P_1 と P_2 を含む検出液は分離条件を異ならせた液体クロマトグラフに再び注入することにより、2成分の分離を十分に行なわせてそれぞれの成分ごとに分画することができる。

試料が多量に注入されて検出器出力がスケールアウトした場合にも、臨界レベルを設定しておくことにより、検出器信号の変動がその臨界レベル

以下に低下しなければ分画途中で分画を終了するような誤動作は生じなくなる。

(発明の効果)

本発明では臨界レベルを設定できるようにし、検出器信号がその臨界レベルよりも大きい間は検出器信号が変動したり、2以上の成分の分離が不十分になったような場合に、その臨界値レベルを越えている範囲のピークは1つのピークとみなして共通のカップなどに分画するようにしたので、検出器信号がスケールアウトした場合にも1つの成分の分画動作中に分画が停止するような誤動作を防ぐことができ、また分離が不十分な2以上の成分をあえて不正確に分画することを防ぐことのできる分画装置を実現することができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明を示すブロック図、第2図は一実施例のフラクションコレクタを示す斜視図、第3図は一実施例を示すブロック図、第4図は一実施例の動作を示すフローチャート図、第5図(A)は臨界レベルを設定しない場合の分画動作を示す

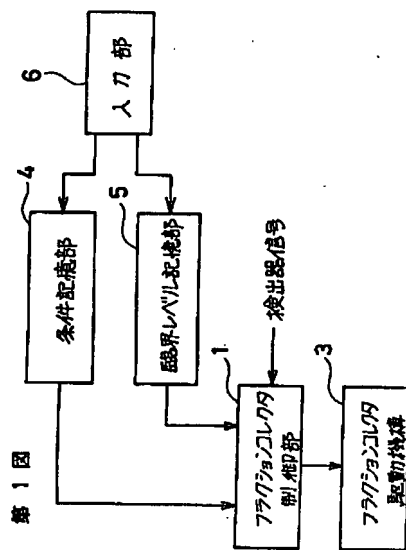
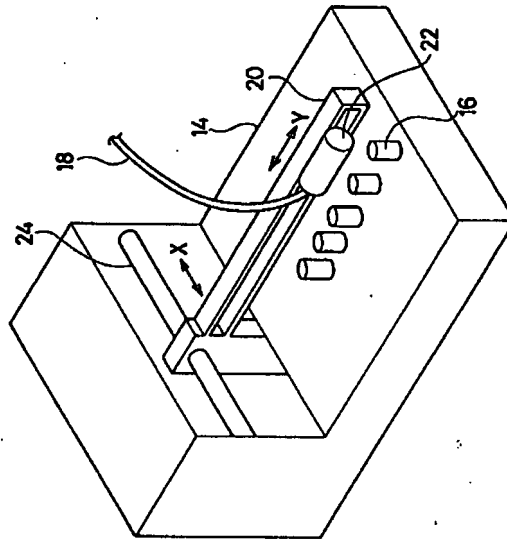
波形図、第5図(B)は本発明を適用して臨界レベルを設定した場合の分画動作を示す波形図である。

1……フラクションコレクタ制御部、2……フラクションコレクタ、3……フラクションコレクタ駆動機構、4……条件記憶部、5……臨界レベル記憶部、6……入力部、26……システムコントローラ。

特許出願人 株式会社島津製作所

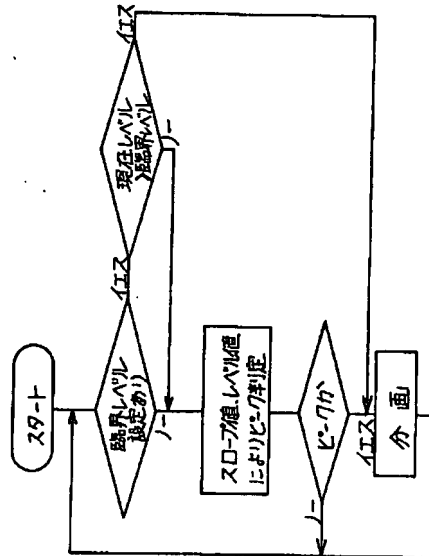
代理人 弁理士 野口繁雄

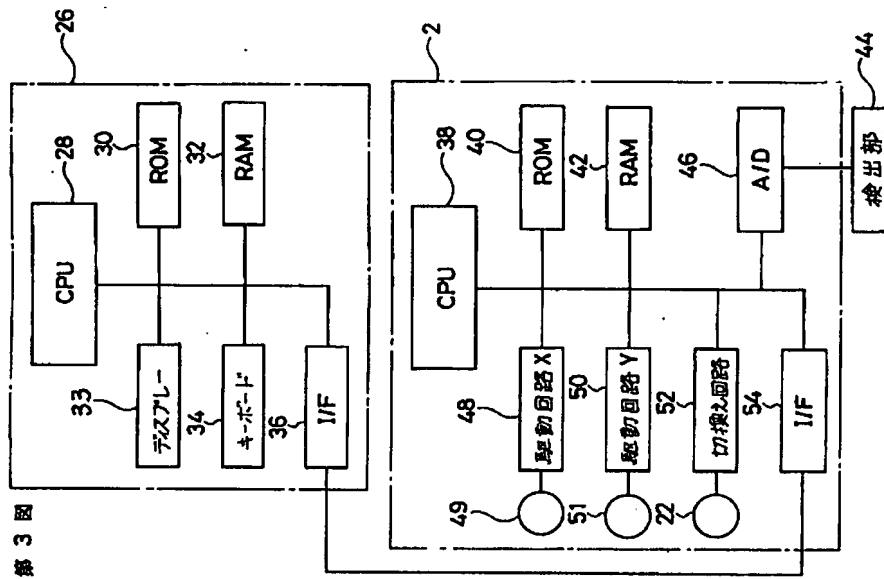
第 2 図



第 1 図

第 4 図





第 5 図

